

平成 30 年 6 月 22 日現在

機関番号：13901

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2016～2017

課題番号：16K14413

研究課題名(和文)スケルトン構造体の破壊事象の時系列解析

研究課題名(英文)The time series analysis of destruction events of skeleton structured ceramics

研究代表者

北 英紀(Kita, Hideki)

名古屋大学・工学研究科・教授

研究者番号：10392606

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：Si-SiC系の高気孔率多孔質材(メタポーラス体)が荷重-変位曲線上に明らかな不連続が生じ、見かけ上、離散的な破壊を生じていることを確認している。この離散的な破壊に着目し、最終的には設計手法と寿命予測法の構築を目指す一連の研究の中で、本研究ではSi-SiCメタポーラスセラミックスを対象として、アコースティックエミッション(AE)を活用した破壊現象の解析を行った。

研究成果の概要(英文)：It was confirmed that a discontinuity is clearly formed on the load-displacement curve of the Si-SiC type high porosity porous material (skeleton structured ceramics), resulting in apparent discrete destruction. Focusing on this discrete destruction, ultimately in a series of research aiming at construction method and lifetime prediction method, this research aims at Si-SiC skeleton structured ceramics and applies acoustic emission (AE), the destruction mechanism of skeleton structured ceramics were revealed.

研究分野：材料工学

キーワード：多孔質体 セラミックス AE 亀裂 破壊

### 1. 研究開始当初の背景

近年、環境・省エネ問題に対する意識の一層の高まりとともに、フィルター、断熱材、軽量・低熱容量材、防音材、吸収触媒担体(セラミックハニカム)などへの適用を目指して、多孔質セラミックスの開発が盛んである。それらは主に、骨格部分の多様化、また気孔径の精密な制御や強度を維持しつつ気孔量を極限まで高めるなど、プロセスと構造制御に関する内容が大半である。一方、こうした構造制御の高度化に対して、新規多孔体の破壊挙動の解析や、それらを基盤とする設計手法の構築に向けた研究など、新規な多孔質体を「使いこなす」ための研究例は少ないのが実情である。

セラミックスは典型的な脆性材料であり、外力が付与されると不可避に存在する微小な欠陥部で応力集中が生じ、塑性変形をほとんど生じることなく亀裂は一気に進展する。こうした現象論的事実から、通常、緻密なセラミックスの場合、ワイブル理論を基盤とする設計がなされてきた。一方、我々は新規に開発された Si-SiC 系の高気孔率多孔質材(スケルトン構造体)が荷重-変位曲線上に明らかな不連続が生じ、見かけ上、離散的な破壊を生じていることを確認している。

この離散的な破壊に着目し、最終的には設計手法と寿命予測法の構築を目指す一連の研究の中で、本研究では Si-SiC スケルトンセラミックスを対象として、アコースティックエミッション(AE)を活用した破壊現象の解析を行った。

### 2. 研究の目的

高気孔率多孔体セラミックス(スケルトン構造体)の破壊挙動を観察、解析し、できるだけ初期の情報から最終破断時間を予測することを目指していく。よって本研究ではまず、これまでのスケルトンセラミックスの荷重変位曲線のデータを整理し個々のデータの関連を調べていく必要がある。また破壊に関する情報を得るため、AE(アコースティックエミッション)法を導入し、破壊の進展とその時の AE の関連を考察する。

### 3. 研究の方法

#### (1)供試体

高気孔率多孔体(スケルトンセラミックス)として、作製時に圧縮比を変化させることで、気孔率を 70-90% の範囲で変化させた 3 種類の Si-SiC

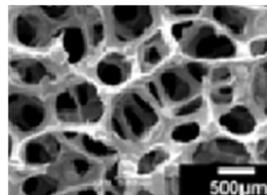


Fig.1 スケルトン構造体の構造

多孔体(N社製-共同研究先)を使用した。Si-SiC 多孔体の SEM 画像を Figure1 に示す。

#### (2)試験装置

##### 強度試験

JIS R 1604 に準拠し、スパン 60mm、クロス

ヘッドスピード 0.5mm/min の 3 点曲げ試験を行った。

AE(Acoustic Emission, アコースティックエミッション)測定装置

AE 測定として、CAT-system を用いて、FFT 解析周波数 31250 Hz、測定レンジ 10 V に設定し、AE センサ(株式会社富士セラミックス製、M304A)をサンプルの両端上部に接着剤で取り付け、3 点曲げ試験を行った。AE センサから送られた信号はプリアンプで増幅したのち、AE アナライザに送った。

アコースティックエミッションでは、試験片にセンサーを取り付け、曲げ試験の際の試験片損傷時の振動波を計測した。試験片の上部両端 2 ヶ所にそれぞれ瞬間接着剤を用いて AE センサー(株式会社富士セラミックス製、M304A)を固定した。2 つの AE センサーはプリアンプ(株式会社富士セラミックス製、A1201)を経由し、PC の拡張ボードタイプのオシロスコープ(National Instruments 製、N15105)に接続され、計測システム(キャテック製、CAT-System)により測定を行った。

### 4. 研究成果

#### (1)曲げ試験と AE 計測試験結果とその考察

A1.0, A2.0, A3.0 のサンプルに対する 3 点曲げ試験ならびに AE 測定を実施し、figure 2 には A3.0 サンプルの結果を示す。

AE 測定においてはカウント数計測とエネルギー算出を行い、1 秒ずつの累計を棒グラフとして表わしている。また、それぞれの圧縮比のサンプルにおいて AE エネルギーの総和を算出したものを Table 1~3 に示す。これらの AE 測定では以下の要素が確認できた。

ほぼすべてのサンプルにおいて最終破断時に AE エネルギー、カウントともに最大値を示していた。これより、最終破断時が一番多くの骨格で支えられており、破断時におけるき裂進展量が大きいと考えられる。

荷重変位曲線上で見られた非線形部において特に AE エネルギーが大きくなる傾向が見られた。しかし、荷重変位曲線上で非線形を示していない部分でも、AE は継続して出ており、荷重変位曲線では検知できない骨格の破壊が起きていることが確認できた。これは、実際の破断骨格数と荷重変位曲線のピーク数の差から、ピーク数以上に骨格の破断が起きているという仮説とも一致し、実際に AE で多くの骨格の破断を確認することが出来ることがわかった。

AE カウントが大きく出ているところでも、AE エネルギーとしては大きく出ている部分が多く見られた。これは、細かい骨格が多数折れてはいるがエネルギーとしてはそこまで大きくないという可能性と、骨格の破断がサンプル中央ではなく左右どちらかによって場所で行われているために AE が減衰してしまっていることによるものである可能性が考えられる。

最終破断後に検出されている AE は，サンプル同士の引っかかりによる摩擦や骨格の破壊音，サンプルが装置に衝突したときの衝撃音であると考えられる．

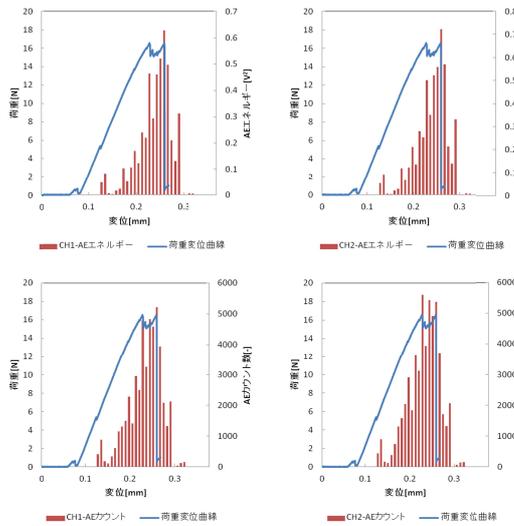


Fig. 2 A3.0 サンプルの荷重変位曲線と AE データ

スケルトンセラミックスの3点曲げ試験におけるハイスピードカメラ画像解析したものを Figure3 に示す．ハイスピードカメラによる解析と AE による解析どちらにおいても，スケルトンセラミックスの破壊過程では離散的に破壊が進行するという結果が得られているということが分かる．

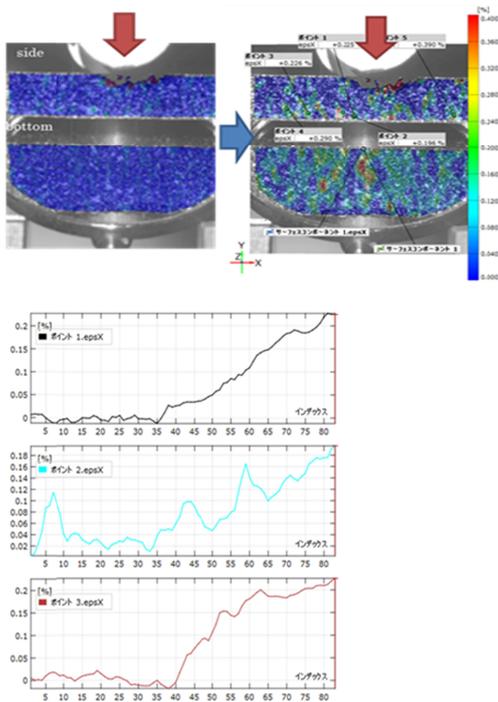


Fig.3 曲げ試験中におけるハイスピードカメラ画像解析結果

Table 1 A1.0 の AE データ総計

|       | CH1エネルギー総和[V <sup>2</sup> ] | CH2エネルギー総和[V <sup>2</sup> ] | CH1カウント総和[-] | CH2カウント総和[-] |
|-------|-----------------------------|-----------------------------|--------------|--------------|
| サンプル1 | 1.459                       | 1.508                       | 12248        | 11192        |
| サンプル2 | 1.775                       | 2.398                       | 16635        | 20108        |

Table 2 A2.0 の AE データ総計

|       | CH1エネルギー総和[V <sup>2</sup> ] | CH2エネルギー総和[V <sup>2</sup> ] | CH1カウント総和[-] | CH2カウント総和[-] |
|-------|-----------------------------|-----------------------------|--------------|--------------|
| サンプル1 | 3.304                       | 3.565                       | 29224        | 33743        |
| サンプル2 | 3.056                       | 2.896                       | 26290        | 23867        |
| サンプル3 | 4.541                       | 4.905                       | 44713        | 49313        |
| サンプル4 | 1.188                       | 1.169                       | 11400        | 11573        |
| サンプル5 | 2.347                       | 2.309                       | 25031        | 23712        |
| サンプル6 | 2.768                       | 2.727                       | 26153        | 26242        |

Table 3 A3.0 の AE データ総計

|       | CH1エネルギー総和[V <sup>2</sup> ] | CH2エネルギー総和[V <sup>2</sup> ] | CH1カウント総和[-] | CH2カウント総和[-] |
|-------|-----------------------------|-----------------------------|--------------|--------------|
| サンプル1 | 1.612                       | 2.009                       | 15119        | 17277        |
| サンプル2 | 4.210                       | 3.475                       | 36087        | 35591        |
| サンプル3 | 2.554                       | 2.225                       | 23842        | 24802        |
| サンプル4 | 0.865                       | 1.196                       | 11387        | 16141        |
| サンプル5 | 5.341                       | 5.426                       | 47285        | 44344        |
| サンプル6 | 2.398                       | 2.668                       | 29639        | 31616        |
| サンプル7 | 2.619                       | 2.856                       | 25118        | 27496        |
| サンプル8 | 3.562                       | 4.038                       | 38320        | 44570        |

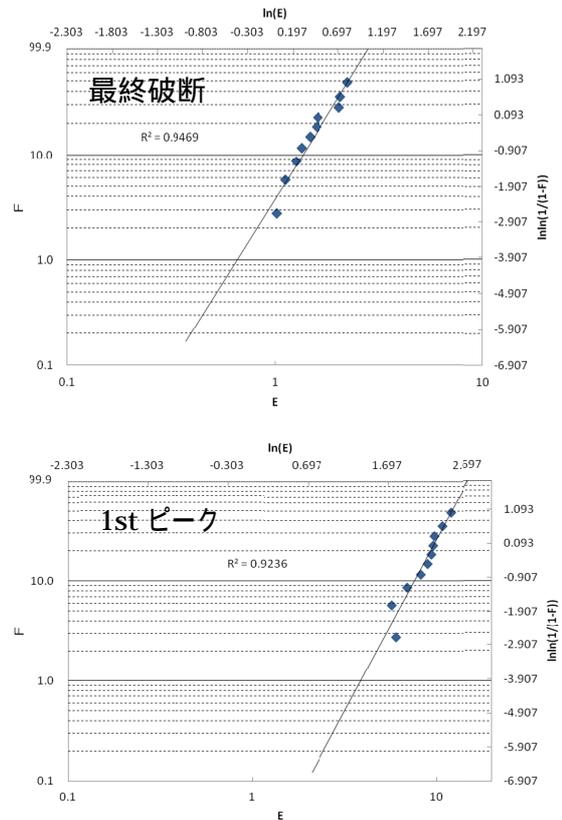


Fig.4 最終破断までの全エネルギーにおけるワイプルプロット

ここで、A2.0, A3.0 における最終破断までの全エネルギーについて、ワイブルプロットした結果を Figure 4 に示す。

これより、最終破断までの全エネルギーはワイブル分布にのることが明らかになった。そこで、サンプルが破断に至るまでの AE の総エネルギーに着目し、こちらでもワイブルプロットをとり、その結果を Figure 5~6 に示した。また、ワイブル分布の各パラメータを Table 4 に示し、代表として A2.0 サンプル 1 の確率密度曲線を Figure 7 に示した。

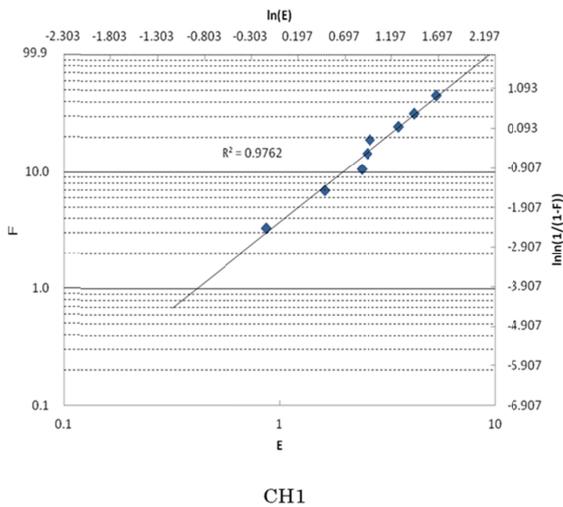


Fig.5 A2.0 の AE エネルギー量に対するワイブルプロット

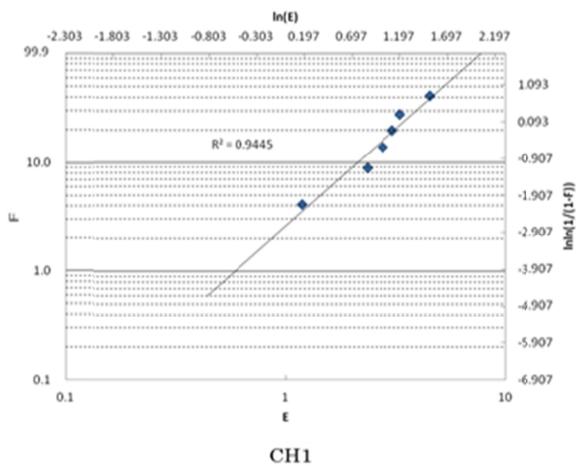


Fig. 6 A3.0 の AE エネルギー量に対するワイブルプロット

Table 4 ワイブル分布の各パラメータ

|                  | A2.0-CH1 | A2.0-CH2 | A3.0-CH1 | A3.0-CH2 |
|------------------|----------|----------|----------|----------|
| グラフの切片           | 2.733    | 2.626    | 2.280    | 2.861    |
| 形状パラメータ $m$      | 2.282    | 2.153    | 1.886    | 2.335    |
| 尺度パラメータ $\alpha$ | 3.312    | 3.385    | 3.350    | 3.404    |
| MTBF $\mu$       | 2.934    | 2.998    | 2.973    | 3.017    |

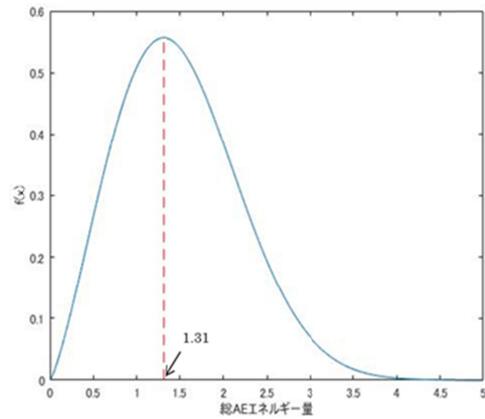


Fig.7 A2.0 サンプル 1 の確率密度曲線

Figure 5~6 より、相関係数の二乗値  $R^2 > 0.9$  であるので総 AE エネルギー量もワイブル分布にのることが分かった。よって実際の部材使用中にセンシング可能な AE のデータにより破壊強度設計が可能となるので、スケルトンセラミックスの寿命予測可能性が示されたと考えられる。

#### (2) 得られた成果のまとめ

高気孔率多孔体セラミックス (スケルトンセラミックス) に関して、荷重変位曲線解析、AE 法を用いた破壊挙動解析を行い得られた知見は以下のとおりである。

スケルトンセラミックスの破壊挙動では、最終破断に至るまでに多数の破壊が起きており、その過程でエネルギーが解放されている。しかし、解放エネルギーと最終破断との関連性は見られず、最終破断の予測には至らなかった。

荷重変位曲線上での 1st ピークと最終ピークの相関を調べたところ、一定の相関性が見られた。

3 点曲げ試験に付随して AE 測定を行った結果、荷重変位曲線上で見られた非線形部分において、特に多く AE が発生していることがわかった。しかし、非線形部以外においても AE の発生が見られ、AE のみによる正確な非線形部分の検出は困難であった。

破断に至るまでに発生した AE の総エネルギー量を算出し、ワイブルプロットした結果、非常に高い一致性を示した。実際の使用可で AE を検出できれば、確率論レベルでの最終破断予測が可能であることがわかった。

AE 測定によって、スケルトンセラミックスの破壊挙動では、荷重変位曲線上では見られなかった微小な破壊が多数起きており、骨格の微小な破壊を繰り返すことにより大きな亀裂を形成し、破断に至るものと考えられ、AE 測定による荷重変位曲線上の非線形部の正確な検出は困難であろう。

一方、本研究を通じて、総 AE エネルギー量による確率論的強度予測が可能であることが明らかになり、実際の部材使用下にお

る破断予測の可能性が示された。

(3)今後の課題

AE 測定によって検出された微小な破壊の位置評定を行い、実際の破断に關与している破壊はどの程度あるのか、また破断面周辺での骨格破断時のエネルギーはどのようになっているかを解明する。

実際の部材使用下における AE 測定方法を検討する。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計 0 件)

〔学会発表〕(計 4 件)

1)中島聖人,天川絢介,山下誠司,窪田光宏,北英紀, 離散型破壊を示すメタポーラスセラミックスの AE 法を用いた破壊挙動の解析 東海若手セラミスト懇話会 第 55 回夏期セミナー,(2017)

2)中島聖人,天川絢介,山下誠司,窪田光宏,北英紀, 離散型破壊を示すメタポーラスセラミックスの破壊挙動の解析, 化学工学会 第 49 回秋季大会,(2017)

3)山下誠司,天川絢介,窪田光宏,北英紀, メタポーラスセラミックスの離散的破壊挙動の解析, 日本セラミックス協会 第 30 回秋季シンポジウム,(2017)

4)山下誠司,天川絢介,窪田光宏,北英紀, 高気孔率セラミックスの破壊過程における統計解析,化学工学会 第 48 回秋季大会,(2016)

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況(計 0 件)

○取得状況(計 0 件)

〔その他〕

ホームページ等

6. 研究組織

(1)研究代表者

北英紀(KITA HIDEKI)

研究者番号: 10392606

(2)研究分担者

間野修平(MANO SYUHEI)

研究者番号: 20372948

(3)連携研究者

山下誠司(YAMASHITA SEIJI)

研究者番号: 67014342

(4)研究協力者

中島聖人(NAKAJIMA KIYOTO)